



②特願昭46-56938 ①特開昭48-22977

④公開昭48.(1973)3.24 (全7頁)

審査請求 無

特 許 願 (1)

昭和46年7月28日

特許庁長官

井土武久殿

1. 発明の名称

絶縁電線の特性の測定方法

2. 発明者

居 所

大阪市此花区恩貴島南之町60番地  
住友電気工業株式会社大阪製作所内  
氏 名 増 田 重 雄 (ほか 名)

3. 特許出願人

住 所

大阪市東区北浜5丁目15番地

名 所 (213)

住友電気工業株式会社

代表者 社長 阪 本 勇

4. 代理人

住 所

大阪市此花区恩貴島南之町60番地

住友電気工業株式会社内

(電話大阪 461-1031)

氏 名 (7085) 弁 理 士 青 木 秀 実

(ほか1名)

5. 添付書類の目録

- (1) 明細書 1 通
- (2) 図 面 1 通
- (3) 委任状 1 通
- (4) 願書副本 1 通

46 056938



方式  
審査

明 細 書

1. 発明の名称

絶縁電線の特性の測定方法

2. 特許請求の範囲

絶縁電線から導体を抜きとり、残った皮膜の粘弾性挙動を測定することを特徴とする絶縁電線の特性の測定方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、絶縁電線の特性の測定方法に関するものであり、特に絶縁電線を構成している導体と皮膜において、導体を抜きとり、残った皮膜をそのままの形状においてその皮膜の粘弾性挙動を測定することを特徴とする絶縁電線の特性の測定方法に関するものである。本発明の一つの目的は、上記の如くして粘弾性挙動を測定することにより、従来に比較してより科学的に巻線の製造管理を行なうとするものであり、他の目的は絶縁電線の同定を簡単に行なおうとするものであり、又他の目的は、上記の如くして粘弾性挙動を測定することにより、使用目的に適した絶縁電線の設計を行な

①9 日本国特許庁

公開特許公報

庁内整理番号

6969 52  
2126 41  
7037 52

⑤2 日本分類

60 B04  
113 A33  
60 C11

うとするものであり、又他の目的は、品質管理を簡単に行なおうとするものである。

すなわち、従来は、色相、破壊電圧、耐摩耗性、熱軟化性、ヒートショック性、耐薬品性、耐溶剤性等を測定することによつて、絶縁電線の製造管理、同定、設計、品質管理等を行つてきたが、これらはあるものは、非科学的で、精度が悪く、又他のものは、測定項目が多くはんだつて時間がかかる等の欠点があり、又近年種々の塗料が用いられるようになり、又、巻線構造にしても二重、三重被膜をもつた複雑なものが出て来ており、従来の方法では簡単に特性が把握出来なくなつてきている。本発明は、これら従来の欠点を解決し、従来の測定方法よりはるかに簡単にかつ、従来の測定方法では正確に測定出来ないものまでも簡単に測定し得ることを可能ならしめたものである。

さて従来の製造管理は、絶縁電線の製造時において、得られた絶縁電線の色相を予め用意されている標準の色相見本に合わせ、かつ一般特性例えば破壊電圧、耐摩耗性、熱軟化性、ヒートショック

性、耐薬品性、耐溶剤性等を把握して管理を行い、一応色相がある範囲に入つておれば、巻線の特許も許容範囲に入つていとみなして来たわけである。しかし色相というものは、表面の状態を人間の眼にうつたえるものであり、光線の具合による目の錯覚、芯線のわずかな変色による影響等により、あるいはワニス中の不純物等により、正確に判定することはむづかしく、色相が同じであれば同一の特性をもつていと判断するのは非常に危険であり、又事実その為にかかるトラブルは数多くある。

色相による管理が皮膜の物理的性質を把えたものでないにもかかわらず、今日も色相による管理が行われて来ているのは、それに代るべき科学的かつ簡単な製造管理の技術が見出されなかつた為である。

本発明による測定方法は、従来の欠点を解決した画期的な製造管理を可能ならしめたものである。粘弾性による製造管理は、皮膜の物理的性質を把えたものであり、非常に科学的な管理方法であり、

-3-

ているか等を知ることが出来る。

以上の如く本発明の測定方法を用いることにより、簡単にかつ正確に絶縁電線の製造管理が出来るようになった。

さて、本発明の他の目的は、使用目的に適した絶縁電線の設計を行なおうとするものである。

絶縁電線に要求される特性はあらゆる工業製品と同様に、機械的特性、電気的特性、化学的特性があるが、とりわけ絶縁電線の皮膜は、他の高分子を使用した工業製品に比較してうすい皮膜で厳しい条件に耐えなくてはならない。絶縁電線が回転機等に使用された時、もし回転部が1時的にせよ、ロックし過電流が流れ、温度が急上昇するような場合においてもその過負荷に耐えなくてはならない。

従来、巻線の製造は、サイズ、構造、耐熱グレードというものが決定されると、ワニスを導体に塗布し、焼付ける。この塗布焼付を数回繰返すことによつて、所定の皮膜厚をもつた巻線を製造して来た。

-5-

色相による製造管理を打破つた画期的な製造管理法であると考ええる。色相による管理の矛盾は表面の色だけを見て、特性を判断する。すなわち外觀のみをチェックするだけであるから、皮膜の力学的、電気的、化学的特性を知り得ようはずはない。例えば表面の一層のみに着色した皮膜にすると、内部の色相は全然分らないことになる。近年盛んに製造され始めた2種類以上の塗料を塗布焼付けた2重構造以上の複合フィルムをもつ絶縁電線では、色相による管理はもはや出来得ない。それをあえて色相による管理によつて製造していくと必然的に、製品の特性にバラツキを生じて来る。

本発明による測定方法を用いて製造管理を行なえば、巻線を構成している皮膜の分子運動を把えたものである為に、皮膜の表面ではなく、皮膜全体の物理的性質を把握出来る。2重構造の皮膜であれば、夫々の皮膜の分子運動を把握出来る為に、それらがあわさつた時の皮膜の物理的性質を明確に把握出来る。例えば、下層が焼付不十分であるかあるいは適正であるか、又所望の皮膜厚を有し

-4-

しかしながら、どの程度の機械的特性をもつた巻線が得られているかは、従来から行なわれて来た一般特性を求める試験法では検出するのがむづかしく、特に長期寿命、あるいは使用状況を加味した特性を一般的な試験法によつて正確に把握することはむづかしい。本発明の測定方法によれば、上記の如き欠点を解決し、使用目的に適した絶縁電線の設計をすることが可能になつた。

さて、粘弾性を測定する方法は、一般に静的方法（クリープ、応力緩和）と、動的 method とがあり、本発明において用いる方法は動的 method であり、例えば第1図に示す如き装置を用いて、試料1にドライバー2により周期的正弦振動のひずみを加え、ストレングージ3により、正弦的歪  $r = r_0 e^{i\omega t}$  を検出し、ストレスゲージ4にて、生じた位相のずれた正弦的応力  $S = S_0 e^{i(\omega t + \delta)}$  を検出し、これを増巾部5にて増巾して、この値より  $\tan \delta$  を求めゲージ6にて  $\tan \delta$  を直読する。

$r$  と  $S$  より、 $\tan \delta$  は下式の如く求まる。

$$\text{すなわち } E^* = \frac{S}{r} = \frac{S_0 e^{i(\omega t + \delta)}}{r_0 e^{i\omega t}}$$

-6-

$$= \frac{S_0}{r_0} \cos \delta + i \frac{S_0}{r_0} \sin \delta$$

$$= E' + i E''$$

$$= \frac{E' + i E''}{1 - i \tan \delta}$$

$$\text{又 } \tan \delta = E''/E'$$

ここで、 $E'$ : 複素弾性率

$E'$ : 動的弾性率

$E''$ : 損失弾性率

$S$ : 応力

$r$ : ひずみ

$S_0$ : 応力の振幅

$r_0$ : ひずみの振幅

$i$ : 複素量を示すパラメーター

$\omega t$ :  $\omega$  = 角速度,  $t$  = 時間

$\delta$ : 位相のずれ角

加熱装置 7 にて試料温度を種々変化せしめ、温度と、 $E'$ 、 $E''$  及び  $\tan \delta$  の関係を求めることによつて粘弾性挙動を測定する方法をいう。

本発明に用いる試料は、例えば次の様な操作をして採取したものである。

-7-

念されるものは、採取後熱処理によつてひずみ及び応力を除去すればよい。

サンプルの形状としては、丸線からは円筒状サンプルが、又平角線からは角状のサンプルが採取されるが、どの様な形状のものであつても明確に、サンプルの長さ及び断面積が求まるものならば試料として用いることが出来る。

本願は例えば上記の如くして、実際の製造設備から塗布焼付をして出来た巻線から剝離した皮膜を試料として用いることを特徴としており、このように巻線の皮膜そのものが、そのままの状態で皮膜として得られることによつて、はじめて、本願の目的を達し得ることが出来たものである。すなわち、そのような皮膜の粘弾性挙動を測定することによつて、はじめて巻線の焼付条件品質のパラッキ等を正確に把握することに成功したのである。従来は、絶縁塗料の皮膜そのものの特性を調べる場合は、例えば銅板アルミ箔毎に塗布焼付して、フィルムを得て、そのフィルムの特性を調べているが、この方法により得られたフィルムは、巻線

-9-

すなわち、巻線を適当な長さだけとり出し、これに適当な伸長を加える。伸長前あるいは伸長後に皮膜に何らかの方法で、巻線周囲全体に渡つて導体に達する傷を入れる。その後その巻線を導電性の液体に入れ、例えば、JIC C3003-6 で述べてあるようなピンホール試験の如き方法を用いて、液体中にある電極と巻線との間に電圧を印加する。すると巻線に傷が入つた個所において電気分解によるガス発生が起り、その個所近辺は、皮膜と導体間の接着力が弱くなる。すでに述べてある様に、皮膜は伸長してある為、ひつぱり応力が残存している。そこで導体との接着力が弱くなつたところは皮膜のみが収縮しようとする。以上の様にして、皮膜と導体の接着力を弱めつつ、皮膜は収縮して導体と皮膜は完全に分離されるわけである。

本方法による皮膜の採取は巻線を伸長させるが、液体中あるいは、電圧印加後剝離した皮膜は、ほとんど完全に伸長前の状態にもどつており、採取したサンプルに伸長ひずみ及び応力はほとんど残つていない。尚ひずみ及び応力が残っていると懸

-8-

に塗布焼付された皮膜と焼付条件等が異つており真の巻線上の皮膜の特性を測定していることにならない。本願の如く、巻線よりそのままの状態で皮膜を剝離した試料でもつて特性を測定することによつて、真の巻線の皮膜の特性を把むことが出来るのである。

さて、粘弾性物質とは、応力がフックの法則に従つて常にひずみに正比例する弾性的性質と、応力が変形速度に常に正比例する粘性的性質を一諸にもつた物質である。巻線の皮膜も明らかに粘弾性物質である。この粘弾性物質は、一般に力学的モデルで表わすとバネを表わすスプリングと粘性を表わすダッシュポットを複雑に組合せたものとして表わすことが出来る。

この様な粘弾性物質は、周波数依存性ならびに温度依存性を示す。すなわち周波数を変えて粘弾性挙動を測定してゆくと、 $\tan \delta$  にピークを生じたりする。すなわちある特定周波数で分子内で熱の発生を生じる。同様に周波数を一定にして、温度を変えて測定してゆくとある温度範囲で  $\tan \delta$  にピ

-10-

ークを生じたりする。

一般に、周波数と温度を広く変化させて、粘弾性挙動を測定するのが最も良いが、周波数を変化させることが困難な場合は周波数を一定にして温度を変化させて測定しただけでも有効な知見が得られる。この場合周波数は任意で良いが、分子の応答が出来る程度、すなわちどちらかと言えば低周波数の方が好ましい。

この粘弾性挙動の測定によつて、材料の全般的な性能を予測出来、特に高分子の構造を研究する上で有効であり、これらの性質はガラス転移、結晶性、架橋、相分離、分子凝集、あるいは固体材料の形態学的な特色に対して非常に敏感である。

巻線の焼付条件が変化すると、皮膜を形成している分子の集合状態が変化する。すなわち、焼付不十分であると残留溶剤を分子鎖中に含むことも手伝つて、分子間力が弱い為に低い温度から分子鎖の拡散運動 (nuirō frownian motion) が起り始める。従つて、その皮膜の  $\tan \delta$  の温度変化を測定すると  $\tan \delta$  の立ち上りは低い温度からはじま

-11-

或はストレインに追随出来るようになる為に、エネルギーの消費は小さくなり、 $\tan \delta$  の値は小さくなつて来る。このために二重被膜の場合は、例えば実施例 2 に示す如く  $\tan \delta$  にピークを持つ。二重構造となる二種類の材料において  $T_g$  の差が小さい材料の場合はピークは小さくなる。

従つて粘弾性挙動を調べることによつて、その電線が、二重被覆電線であるかどうかを知ることが出来、又  $\tan \delta$  の温度曲線の形状からある程度材料も推定することが出来る。 $\tan \delta$  のピーク高さから、皮膜厚比を求めることも出来る。

更に、巻線被膜の物性は、皮膜を構成している化学構造だけで決まるのではなく、その皮膜を構成している分子の集合状態、ならびに集合状態における分子の熱運動によつて、ある温度に対する皮膜の物理的性質は決定されて来る。

巻線がある条件のもとに使用される時、事故の原因となるのは、大体絶縁皮膜によるものである。

例えば巻線時に皮膜が損傷をおこし、特性が低下したり、又コイルとして使用された時の過負荷電

-13-

る。

適正焼付がおこなわれると、硬さと柔らかさの両方の性質をもつ様な分子の集合状態となるために、 $\tan \delta$  の立ち上り温度は高温側へずれて来る。

従つて例えば実施例に示す如く適正焼付条件によつて焼付けられた皮膜の  $\tan \delta$  と温度との関係を求めておけば、適正な焼付が行われているかどうかは、粘弾性挙動を求めることによつてただちに分り、又、焼付不十分であるか焼付すぎであるかも分るので、ただちに最適焼付条件を決定することが出来る。同様に、品質のバラツキの管理も出来るし、又新しい製造設備が入った時、どの程度迄最高線速をアップすることが出来るかを把握することも出来る。又、二重被覆電線の二重被膜においては  $\tan \delta$  にピークを生じる。これは  $T_g$  の低い材料はある温度から分子鎖の拡散運動を起こしはじめ、 $\tan \delta$  が立ちあがりはじめ、ある温度で分子鎖の内部摩擦によるエネルギーの拡散が最も大きいところの分子運動が存在し、さらに温度があがると粘度が低下して簡単に周期的ストレス

-12-

流による温度上昇によつて皮膜が軟化し、その後流動状態となつて芯線と芯線とが短絡するといった事故につながるのが普通である。この皮膜が分子運動を活発に起こし始めるのは、皮膜の micro brownian motion が生じ、amorphous polymer 特有の転移領域にさしかかる時である。

従つて実施例に示す如く、皮膜の動的粘弾性を求めることによつてその皮膜の熱的、機械的挙動を把握することが出来コイルの要求特性にあつた皮膜をもつた絶縁電線を提供することが出来る。

以下、実施例を示す。実施例で用いた粘弾性測定器は東洋測定器の直読式粘弾性測定器「VIBRON」を用いた。

#### 実施例 1

ポリエステルイミドワニスを用いて、巻線を製造した。使用した導体は 10φmm の銅線を用いた。焼付炉長は 4m、焼付炉温は 400°C である。塗布、焼付回数は 8 回である。線速は 5.0m/min、6.5m/min、8.0m/min、9.5m/min、11.0m/min、12.5m/min、14.0m/min である。夫々の線速のもとに出来上つたサンプルの巻線特性の概略は第 1 表の如くである。

-14-

第 1 表 電線特性

	14.0 m/mm	12.5 m/mm	11.0 m/mm	9.5 m/mm	8.0 m/mm	6.5 m/mm	5.0 m/mm
ヒートショック 200°C×1Hr	□	□	○	○	○	△	△
240°C×1Hr	△	△	□	□	□	×	×
劣化巻付 200°C×6Hr	1d	1d	1d	1d	1d	3d	6d
240°C×6Hr	15d	16d	14d	14d	14d	17d	19d
軟化温度 5kg, 1°C/2mm	207	301	364	338	359	354	342
往復摩耗 回数 W <sub>1</sub>	29	34	40	65	52	70	56
絶縁破壊電圧 (KV)	9.1	10.7	10.5	10.5	10.7	9.0	13.5
NaOH 5% 40°C×48Hr							
直線	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好
20%伸	良好	良好	良好	剥離	剥離	剥離	剥離

次に上記サンプルを、20cm 取出し、円周全体に渡つて約 5 cm の間隔で傷を入れる。次に、定速伸長機で 5 % 伸長させる。次に、このサンプルを 1 % 食塩水中に入れ、食塩水中に設置した電極との間に 12 V の電圧を印加する。この様にして、皮膜を導体から円筒状のままで剥離し、粘弾性測定用サンプルを得た。次に、このサンプルを 150°C で 10 分間熱処理し、延伸時に与えたひずみ及び応力を完全に除去する。夫々のサンプルの粘弾性挙動を測定した。測定条件は周波数 11 Hz、昇温速度 2°C/mm であつた。試料の長さ及び厚みは、第 2 表に示す如くである。得られた結果は第 2 図に示す通りである。

第 2 表 測定条件

実施例 1

線速	140m/mm	125m/mm	110m/mm	95m/mm	80m/mm	65m/mm	50m/mm
長さ	30mm	30mm	30mm	30mm	30mm	30mm	30mm
厚み	0.037mm	0.038mm	0.037mm	0.030mm	0.035mm	0.035mm	0.033mm

-15-

-16-

## 実施例 2

下引にポリエステルイミドワニスを用い、上引にポリアミドイミドワニスを用いた二重構造をもつ巻線を製造するにあたり、下引きワニスの塗布焼付回数を 6 回、上引きワニスの塗布焼付回数を 3 回とし、焼付炉は 3ヶ所で制御出来る炉を使用して上中下より、410°C、260°C、230°C の温度分布をもたせた。線速は 15 m/mm、13 m/mm、11 m/mm とした。夫々の線速のもとに製造されたサンプルの巻線特性の概略第 3 表の中に<sup>(1)</sup>ある。粘弾性測定用のサンプル採取方法は実施例 1 に述べた方法を用いた。又、粘弾性測定条件も実施例 1 と同様である。試料の厚みと長さは第 4 表に示す如くである。得られた結果は第 3 図に示す通りである。

第 3 表 電線特性

	15.0 m/mm	13.0 m/mm	11.0 m/mm
ヒートショック 220°C × 1hr 240°C × 1hr 20%伸, 220°C×30mm	1d 1d ○	1d 1d □	1d 1d △
劣化巻付 200°C × 12hr	○	○	□
耐摩耗性 Wt 700g (回数)	174	318	330
絶縁破壊電圧 (KV)	14.6	14.9	14.9
キシレン boiling×10mm	OK	OK	OK

第 4 表 測定条件

実施例 2

サンプルサイズ	15.0 m/mm	13.0 m/mm	11.0 m/mm
長さ	30mm	30mm	30mm
厚み	(ester imide + amide imide) =0.043 + 0.010 mm	(ester imide + amide imide) =0.042 + 0.011 mm	(ester imide + amide imide) =0.041 + 0.012 mm

-17-

-18-

## 実施例 3

(スケネクタ・デイ社の) ポリエステルイミドワニス及び(当社の) ポリアミドイミドワニスを用いて、次の条件にもとずいて、0 種巻線を製造した。用いた導体は 1 mm の銅線、焼付の温度分布は下の方から上になるに従つて高くなり、3 点測定では下の方から 230°C・280°C・410°C とした。線速は 1.3 m/min

## サンプル

	皮膜厚
(1) 単一フィルム、ポリエステルイミド	0.0535 mm
(2) 二重構造、ポリエステルイミド+ポリアミドイミド	0.0525 mm (0.0415 mm + 0.011 mm)
(3) " " "	0.0545 mm (0.029 mm + 0.025 mm)
(4) " " "	0.053 mm (0.013 mm + 0.040 mm)
(5) 単一フィルム、ポリアミドイミド	0.0525 mm

夫々の粘弾性温度特性は第 4 図の様になる。

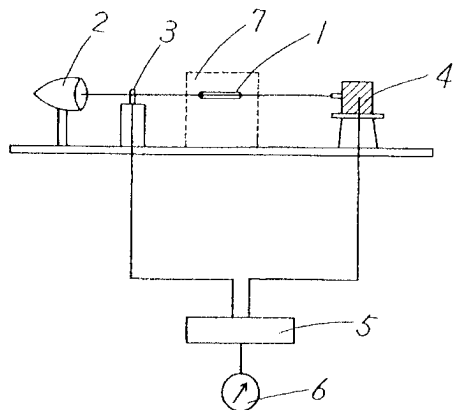
## 実施例 4

当社のポリエステルワニスとスケネクタ・デイ社のポリエステルイミドワニスを使用して巻線を製造する際、次の様な条件のもとに製造した。

(1) ポリエステルワニスとポリエステルイミドワ

-19-

第 1 図



ニスをワニスの状態で 1 : 1 で混合し、その混合ワニスを用いて、巻線を製造した。

(2) ポリエステルワニスを 4 回塗布焼付し、その後ポリエステルイミドワニスを 3 回塗布焼付し、2 重構造の巻線を製造した。

用いた導体は 1 mm の銅線を用い、線速は 1.5 m/min 焼付炉温は 400°C とした。結果は第 5 図に示す如くである。

## 4 図面の簡単な説明

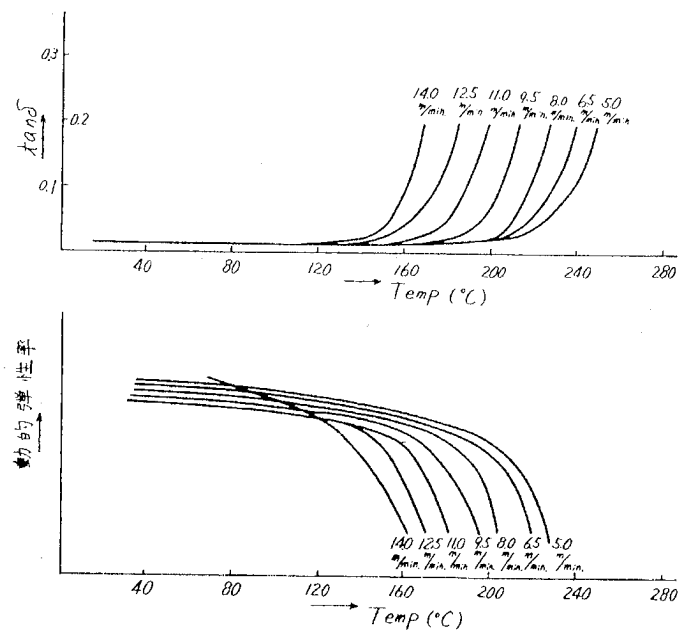
図 1 は、粘弾性測定装置の概略図であり、1 は試料、2 はドライバー、3 はストレンゲージ、4 はストレスケージ、5 は増巾部、6 はゲージである。図 2、図 3、図 4、図 5 は皮膜の粘弾性挙動を示す図である。

代理人 弁理士 青 木 秀 実

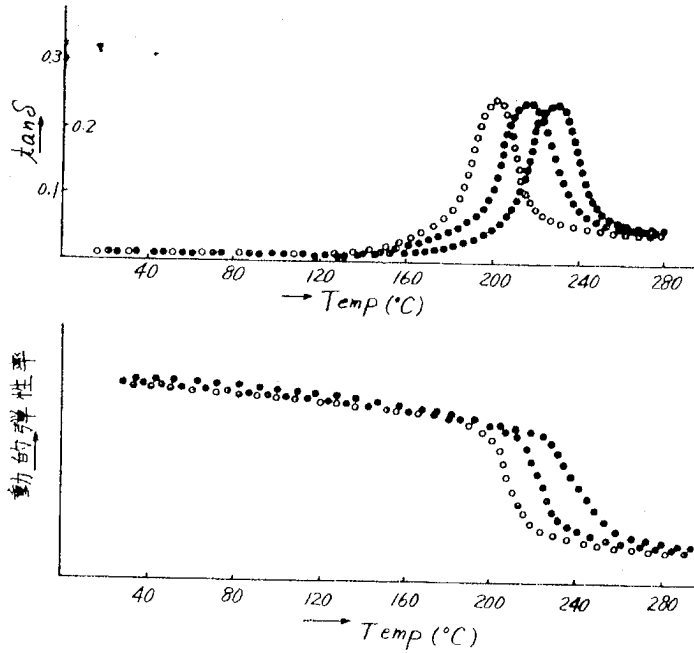
代理人 弁理士 吉 竹 昌 司

-20-

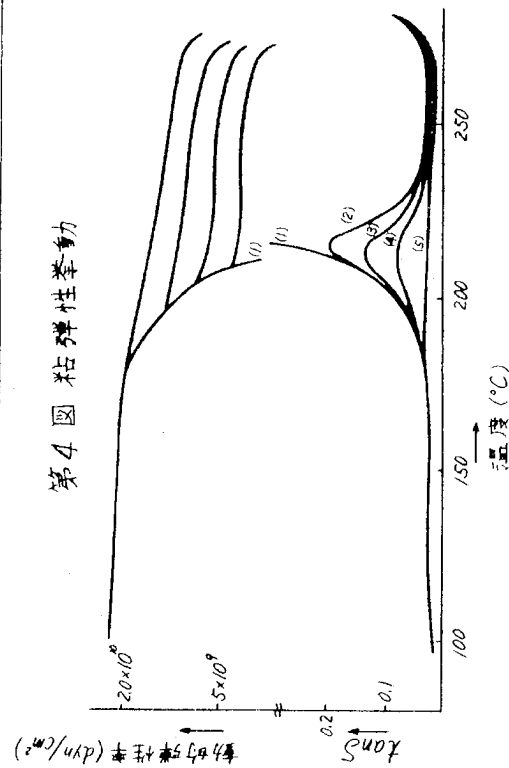
第 2 図 粘弾性挙動



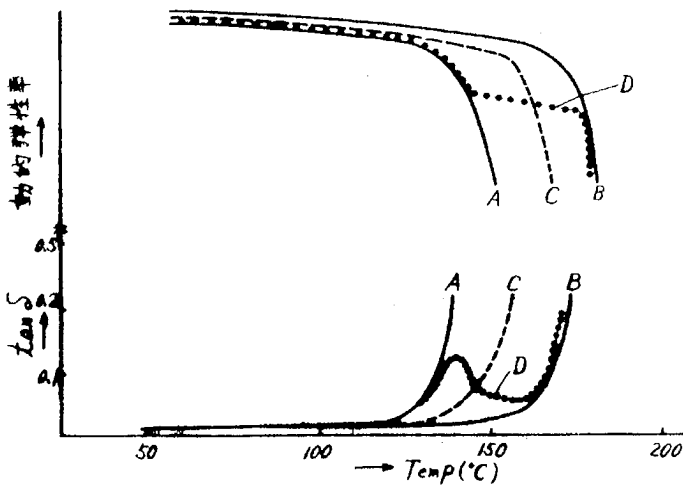
第3図 粘弾性挙動



第4図 粘弾性挙動



第5図 粘弾性挙動



- A: ポリエステル皮膜  
 B: ポリエステルイソド皮膜  
 C: AとBをワックス混合して出来た皮膜  
 D: AとBを混合した2重構造フィルム

6. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発明者

(2) 特許出願人

(3) 代理人

住所 大阪市此花区恩貴島南之町60番地  
 住友電気工業株式会社内  
 (電話大阪 461-1031)  
 氏名 (5936) 弁理士 吉 昌